

PAT-NO: JP408269559A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 08269559 A

TITLE: PRODUCTION OF MIRROR-FINISHED GRAIN-ORIENTED SILICON  
STEEL SHEET REDUCED IN IRON LOSS

----- KWIC -----

Abstract Text - FPAR (1):

PURPOSE: To produce a grain-oriented silicon steel sheet excellent in iron loss characteristic at a low cost.

Abstract Text - FPAR (2):

CONSTITUTION: The grain-oriented silicon steel sheet is produced by applying hot rolling to a slab having a composition consisting of, by weight ratio, 0.8-4.8% Si, 0.012-0.05% Al, &le;0.01% N, and the balance Fe with inevitable impurities, further applying cold rolling to the resulting plate once or two or more times interposing process annealing between cold rollings, and subjecting the resulting sheet to decarburizing annealing and to finish annealing. At this time, in the course after cold rolling and before finish annealing, grooves are formed by means of chemical or thermal treatment and then decarburizing annealing is executed in an atmospheric gas having a degree of oxidation of forming no Fe oxides. After the application of alumina as a separation agent at annealing, finish annealing is executed and a tension film is formed on the steel sheet to increase the number of active magnetic domain walls of the grain oriented silicon steel sheet, thereby, the iron loss can be reduced.

Title of Patent Publication - TTL (1):

PRODUCTION OF MIRROR-FINISHED GRAIN-ORIENTED SILICON STEEL SHEET  
REDUCED IN  
IRON LOSS

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-269559

(43) 公開日 平成8年(1996)10月15日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 1 D	8/12		C 2 1 D 8/12	B
				D
H 0 1 F	1/16		H 0 1 F 1/16	B

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平7-72723

(22) 出願日 平成7年(1995)3月30日

(71) 出願人 000006655

新日本製鐵株式会社

東京都千代田区大手町2丁目6番3号

(72) 発明者 牛神 義行

富津市新富20-1 新日本製鐵株式会社技

術開発本部内

(72) 発明者 山崎 修一

富津市新富20-1 新日本製鐵株式会社技

術開発本部内

(72) 発明者 新井 聡

富津市新富20-1 新日本製鐵株式会社技

術開発本部内

(74) 代理人 弁理士 茶野木 立夫 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 鉄損の低い鉄面方向性電磁鋼板の製造方法

(57) 【要約】

鉄損特性の良好な方向性電磁鋼板を低コストで製造する方法を開示する。

【構成】 重量比で、Si:0.8~4.8%、Al:0.012~0.05%、N:0.01%以下、及び残部がFe及び不可避免的不純物からなるスラブを熱間圧延・1回もしくは中間焼鈍を挟む、2回以上の冷間圧延・脱炭焼鈍・仕上げ焼鈍を施す方向性電磁鋼板の製造方法において、冷間圧延後から仕上げ焼鈍前の過程で化学的又は熱的処理により溝を形成し、脱炭焼鈍をFe系酸化物の生じない酸化度の雰囲気ガス中で行った後、焼鈍分離剤としてアルミナを塗布して仕上げ焼鈍を行い、該鋼板に張力被膜を形成して方向性電磁鋼板の活動磁壁数を増加させることにより、低鉄損化を達成する。

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項1】 重量比で、

Si: 0.8~4.8%、

酸可溶性Al: 0.012~0.05%、

N ≤ 0.01%、残部実質的にFe及び不可避的不純物からなる珪素鋼スラブを1100℃以上1280℃以下で加熱した後に熱間圧延し、一回もしくは中間焼鈍をはさむ二回以上の冷間圧延により最終板厚とし、脱炭焼鈍・窒化処理を行った後、仕上げ焼鈍を施す方向性電磁鋼板の製造方法において、冷間圧延後から仕上げ焼鈍前の過程で、化学的処理もしくは熱的処理により溝を形成し、脱炭焼鈍をFe系酸化物の形成しない酸化度の雰囲気ガス中で行った後、焼鈍分離剤としてアルミナを塗布し、仕上げ焼鈍を施した後、張力被膜を形成して活動磁壁数を増加させることを特徴とする鉄損の低い鏡面方向性電磁鋼板の製造方法。

## 【請求項2】 重量比で、

Si: 0.8~4.8%、

酸可溶性Al: 0.012~0.05%、

N ≤ 0.01%、

Mn: 0.02~0.3%、

S: 0.005~0.040%、残部実質的にFe及び不可避的不純物からなる珪素鋼スラブを1300℃以上に加熱した後に熱間圧延し、一回もしくは中間焼鈍をはさむ二回以上の冷間圧延により最終板厚とし、次いで脱炭焼鈍・仕上げ焼鈍を施す方向性電磁鋼板の製造方法において、冷間圧延後から仕上げ焼鈍前の過程で、化学的処理もしくは熱的処理により溝を形成し、脱炭焼鈍をFe系酸化物の形成しない酸化度の雰囲気ガス中で行った後、焼鈍分離剤としてアルミナを塗布し、仕上げ焼鈍を施した後、張力被膜を形成させることにより最終製品の活動磁壁数を増加させることを特徴とする鉄損の低い鏡面方向性電磁鋼板の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、主として変圧器その他の電気機器等の鉄心として利用される方向性電磁鋼板の製造方法に関するものである。特に、その表面の鏡面化手段及び磁区細分化手段を効果的に導入することにより、鉄損特性の向上を低コストで達成する製造方法を開示するものである。

## 【0002】

【従来の技術】方向性電磁鋼板は、磁気鉄心として多くの電気機器に用いられている。方向性電磁鋼板は、Siを0.8~4.8%含有し製品の結晶粒の方位を{110}<001>方位に高度に集積させた鋼板である。その磁気特性として磁束密度が高く(B<sub>8</sub>値で代表される)、鉄損が低い(W<sub>17/50</sub>値で代表される)ことが要求される。特に、最近では省エネルギーの見地から電力損失の低減に対する要求が高まっている。

【0003】この要求にこたえ、方向性電磁鋼板の鉄損を低減させる手段として、磁区を細分化する技術が開発された。仕上げ焼鈍後の鋼板にレーザービームを照射することにより磁区を細分化して鉄損を低減させる方法が、例えば特開昭58-26405号公報に開示されている。しかしながら、該方法による鉄損の低減はレーザー照射によって導入された歪に起因するので、トランスに成形したのちに歪取り焼鈍を必要とする巻鉄心トランス用としては使用することができない。

10 【0004】この改良技術として、例えば特開昭61-117284号公報において、仕上げ焼鈍後に方向性電磁鋼板の表面ガラス層の一部をレーザー照射等により除去し、塩酸、硝酸等の酸を用いて鋼板地鉄を溶解して溝を形成し、その後張力被膜を形成し、上記溝部に地鉄より熱膨脹率の小さな張力被膜を埋め込むことにより、磁区細分化する方法が開示されている。しかしながら該方法においては、鋼板の表面に溝を形成するために、レーザー照射等のガラス被膜を部分的に除去する工程、及び酸洗等により地鉄を溶解する工程を付加する必要があるため製造コストが高くなってしまふ。

20 【0005】一方、このような方法で磁区細分化処理を施した鋼板の磁区の動きを詳細に観察すると、静的には細分化した磁区の中には動かない磁区も存在していることが分かった。方向性電磁鋼板の鉄損値を更に低減させるためには、上記方法による磁区細分化技術と合わせて磁区の動きを阻害する要因を排除する技術(磁区の活性化技術)を導入する必要がある。

【0006】そのためには、磁区の動きを阻害する大きな要因である鋼板表面のガラス被膜等を除去し表面を鏡面化する方法が有効である。その手段として、仕上げ焼鈍後にガラス被膜を酸洗等により除去した後に、化学研磨或いは電解研磨を行い表面を鏡面化させる方法が、例えば特開昭64-83620号公報に開示されている。

【0007】しかしながら、化学研磨・電解研磨等の方法は、研究室レベルでの少試料の材料を加工することは可能であるが、工業的規模で行うには薬液の濃度管理、温度管理、公害防止設備の付与等の点で大きな問題があり、更にこのような工程を付加することにより製造コストが高くなってしまふために、未だ実用化されるに至っていない。

## 【0008】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、仕上げ焼鈍後に方向性電磁鋼板の表面ガラス層の一部をレーザー照射等により除去し、塩酸、硝酸等の酸を用いて鋼板地鉄を溶解して溝を形成し、その後張力被膜を形成する方法は、コストが高くなってしまふという問題点、及びこの磁区細分化処理の効果を最大限に発揮して大幅な低鉄損値を得るためには更に化学研磨等の表面処理を施す必要があるためコストが高くなるという問題点を同時に解決するものである。すなわち、歪取り焼鈍を施しても磁気

特性が劣化せず、しかも従来製品よりも鉄損特性の良好な方向性電磁鋼板を低コストで製造する方法を開示するものである。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明は、冷間圧延後から仕上げ焼鈍前の過程で、化学的処理もしくは熱的処理により溝を形成し、脱炭焼鈍をFe系酸化物の形成しない酸化度の雰囲気ガス中で行った後、焼鈍分離剤としてアルミナを塗布し、仕上げ焼鈍を施した後、張力被膜を形成して活動磁壁数を増加させることにより、歪取り焼鈍を施しても特性劣化することがなく、且つ従来製品よりも低い鉄損の方向性電磁鋼板を提供するものである。また、従来製造工程と比較して付加工程がないので、製造コストも実質的に高くない。

【0010】

【作用】以下、本発明を詳細に説明する。基本的な製造法としては、小松等による(AI, Si)Nを主インヒビターとして用いる製造法(例えば特公昭62-45285号公報)、又は田口・坂倉等によるAlNとMnSを主インヒビターとして用いる製造法(例えば特公昭40-15644号公報)を適用すればよい。

【0011】Siは、電気抵抗を高め鉄損を下げる上で重要な元素である。含有量が4.8%を超えると、冷間圧延時に材料が割れ易くなり圧延不可能となる。一方、Si量を下げると仕上げ焼鈍時に $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態を生じ、結晶の方向性が損なわれるので、仕上げ焼鈍において結晶の方向性に影響を及ぼさない0.8%を下限とする。

【0012】酸可溶性Alは、Nと結合してAlN又は(AI, Si)Nとしてインヒビターとして機能するために必須の元素である。磁束密度が高くなる0.012~0.050%を限定範囲とする。Nは製鋼時に0.01%以上添加するとブリストと呼ばれる鋼板中の空孔を生じるので、0.01%を上限とする。

【0013】MnとSはMnSとして析出して、インヒビターとしての役割を果たす。Mnが0.02%より少なく、またSが0.005%より少ないと所定量の有効なMnSインヒビターが確保できない。また、Mnが0.3%、Sが0.04%より多いとスラブ加熱時の溶体化が不十分となり、二次再結晶が安定して行われなくなる。故にMn:0.02~0.3%、S:0.005~0.04%とする。他のインヒビター構成元素として、B, Bi, Se, Pb, Sn, Ti等を添加することもできる。

【0014】上記成分の溶鋼は、通常の工程により熱延板とされる。小松等による(AI, Si)Nを主インヒビターとして用いる製造法(例えば特公昭62-45285号公報)では、熱間圧延時の温度確保の観点から1100℃以上、またAlNの完全溶体化しない1280℃以下の温度で加熱を行った後に熱間圧延を行う。また、田口・坂倉等によるAlNとMnSを主インヒビタ

ーとして用いる製造法(例えば特公昭40-15644号公報)では、完全溶体化する1300℃以上の温度で加熱した後に熱延を行えば良い。

【0015】前記熱延板は直ちに、もしくは短時間焼鈍を経て冷間圧延される。焼鈍は750~1200℃の温度域で30秒~30分間行われ、この焼鈍は製品の磁気特性を高めるために有効である。望む製品の特性レベルとコストを勘案して採否を決めるとよい。

【0016】冷間圧延は、基本的には上記特公昭40-15644号公報に開示されているように、最終冷延圧下率80%以上とすれば良い。冷間圧延後から仕上げ焼鈍前の過程で、化学的処理もしくは熱的処理により溝を形成し、冷延仕上げ焼鈍後、張力被膜を形成させることにより活動磁壁数を増加させることが、本発明の重要なポイントである。

【0017】鋼板に形成する溝は、圧延方向に直角もしくは直角から45度の範囲内で、その間隔は2~10mmが鉄損低下の観点から好ましい。溝の形状は連続的、不連続的な線状又は点状のいずれでも良い。溝の幅及び深さは、それぞれ10~300 $\mu$ m、5~50 $\mu$ mの範囲が鉄損低下の観点から好ましい。溝の幅を狭くすると曲率半径の小さな曲げ加工を施す際に折れの起点となり易い。また溝の幅を広くすると磁束密度が低下してしまう。溝の深さも同様にあまり深くすると磁束密度が低下してしまう。

【0018】冷間圧延後の材料は、鋼中に含まれる炭素を除去するために湿水素雰囲気中で、750~900℃の温度域で脱炭焼鈍を行う。この脱炭焼鈍において、Fe系の酸化物( $Fe_2SiO_4$ 、FeO等)を形成させない酸化度で焼鈍を行い、焼鈍分離剤としてアルミナを塗布することも本発明のポイントである。

【0019】例えば、通常脱炭焼鈍が行われる800~850℃の温度域においては、雰囲気ガスの酸化度( $P_{H_2O}/P_{H_2}$ )<0.15に調整することにより、Fe系酸化物の生成を抑制することができる。但し、あまりに酸化度を下げると脱炭速度が遅くなってしまい、工業的観点から好ましくない。この両者を勘案すると、雰囲気ガスの酸化度( $P_{H_2O}/P_{H_2}$ ):0.01~0.15の範囲で焼鈍することが好ましい。

【0020】この脱炭焼鈍板に(AI, Si)Nを主インヒビターとして用いる製造法(例えば特公昭62-45285号公報)においては、窒化処理を施す。この窒化処理の方法は特に限定するものではなく、アンモニア等の窒化能のある雰囲気ガス中で行う方法等がある。量的には0.005%以上、望ましくは全窒素量として鋼中のAl当量以上窒化すれば良い。

【0021】これらの脱炭焼鈍板を積層する際に、焼鈍分離剤としてアルミナを水スラリーもしくは静電塗布法等によりドライ・コートする。水スラリーで塗布する場合には、例えば特願平5-211602号明細書で開示

する方法を採用することが好ましい。

【0022】この積層した板を仕上げ焼鈍して、二次再結晶と窒化物の純化を行う。二次再結晶を特開平2-258929号公報で開示されるように、一定の温度で保持する等の手段により所定の温度で行うことは、磁束密度を上げるうえで有効である。二次再結晶完了後、窒化物等の不純物の純化と表面の平滑化を行うために、100%水素で1100℃以上の温度で焼鈍する。

【0023】仕上げ焼鈍後、張力被膜を形成させる。張力被膜としては、例えば特開昭48-39338号公報によるコロイド状シリカとリン酸アルミニウムを主体とするコーティング液、特開昭50-79442号公報によるコロイド状シリカとリン酸マグネシウムを主体とするコーティング液、又は特開平6-65754号公報によるアルミナ・ゾルとホウ酸を主成分とするコーティング液を焼き付ける方法等を採用すればよい。

【0024】本発明の効果を具体的に示す。重量比で、Si: 3.3%、Mn: 0.1%、C: 0.05%、S: 0.007%、酸可溶性Al: 0.03%、N: 0.008%、Sn: 0.05%、残部実質的にFe及び不可避的不純物からなる珪素鋼スラブを1150℃で加熱した後、熱間圧延し板厚2.3mmとした。この熱延板を1.8mmに冷延し、1100℃で2分間\*

\*焼鈍した後、最終板厚0.23mmに冷延した。

【0025】これらの試料の一部にフォトエッチング法により圧延方向と直角方向から10度の方向で、幅50μm、深さ15μmの溝を形成した(試料A)。その後、酸化度0.06の窒素と水素の混合ガス中において830℃の温度で100秒焼鈍し一次再結晶させた。次いでアンモニア雰囲気中で焼鈍することにより、窒素量を0.025%に増加して、インヒビターの強化を行った。これらの試料の一部にフォトエッチング法により圧延方向と直角方向から10度の方向で、幅50μm、深さ15μmの溝を形成した(試料B)。

【0026】これらの鋼板をアルミナ(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)を水スラリーで塗布した後、仕上げ焼鈍を施した。その後、コロイド状シリカとリン酸塩を主成分とするコーティング液を塗布して850℃で2分間焼き付けた。これらの試料の磁気特性を測定した後、更に800℃で4時間の歪取り焼鈍を行った。得られた製品の磁気特性を表1に示す。表1より、本発明法は高価な工程を付加することなく鉄損値を約20%も改良できることが分かる。

【0027】

【表1】

製造 方法	磁気特性(歪取り焼鈍前)		磁気特性(歪取り焼鈍後)		備考
	磁束密度 B <sub>a</sub> (T)	鉄損 W17/50(W/kg)	磁束密度 B <sub>a</sub> (T)	鉄損 W17/50(W/kg)	
A	1.95	0.66	1.95	0.66	本発明
B	1.94	0.67	1.93	0.67	本発明
焼無し	1.95	0.88	1.95	0.88	比較例

【0028】

【実施例】

(実施例1) 重量比で、Si: 3.3%、Mn: 0.1%、C: 0.05%、S: 0.007%、酸可溶性Al: 0.03%、N: 0.008%、Sn: 0.05%、残部実質的にFe及び不可避的不純物からなる珪素鋼スラブを1150℃で加熱した後、熱間圧延し板厚2.3mmとした。この熱延板を1100℃で2分間焼鈍した後、最終板厚0.30mmに冷延した。

【0029】この冷延板にレーザーで圧延方向と直角方向から10度の方向で、幅30μm、深さ25μmの溝を形成した後、酸化度0.06の窒素と水素の混合ガス中において830℃の温度で150秒焼鈍し一次再結晶させた。次いでアンモニア雰囲気中で焼鈍することにより、窒素量を0.022%に増加して、インヒビターの強化を行った。

【0030】これらの鋼板をその後、アルミナ(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)を水スラリーで塗布した後、仕上げ焼鈍を施した。その後、コロイド状シリカとリン酸塩を主成分とするコーティング液を塗布して850℃で2分間焼き付けた。これらの試料の磁気特性を測定した後、更に800℃で4時間の歪取り焼鈍を行った。得られた製品の磁気特\*

30※性を表2に示す。

【0031】

【表2】

磁気特性(歪取り焼鈍前)		磁気特性(歪取り焼鈍後)	
磁束密度 B <sub>a</sub> (T)	鉄損 W17/50(W/kg)	磁束密度 B <sub>a</sub> (T)	鉄損 W17/50(W/kg)
1.95	0.79	1.95	0.77

【0032】(実施例2) 実施例1の仕上げ焼鈍後の試料に、アルミナ・ゾルとホウ酸を主成分とするコーティング液を塗布して870℃で2分間焼き付けた。これらの試料の磁気特性を測定した後、更に800℃で4時間の歪取り焼鈍を行った。得られた製品の磁気特性を表3に示す。

【0033】

【表3】

磁気特性 (歪取り焼鈍前)		磁気特性 (歪取り焼鈍後)	
磁束密度	鉄 損	磁束密度	鉄 損
B <sub>a</sub> (T)	W17/50(W/kg)	B <sub>a</sub> (T)	W17/50(W/kg)
1.95	0.78	1.95	0.77

【0034】(実施例3)重量比で、Si: 3.3%、Mn: 0.1%、C: 0.05%、S: 0.007%、酸可溶性Al: 0.03%、N: 0.008%、Sn: 0.05%、残部実質的にFe及び不可避免の不純物からなる珪素鋼スラブを1150℃で加熱した後、熱間圧延し板厚 1.8mmとした。この熱延板を酸洗後 1.4mmに冷延し、1100℃で2分間焼鈍した後、最終板厚0.15mmに冷延した。

【0035】この冷延板を、酸化度0.06の窒素と水素の混合ガス中において 830℃の温度で70秒焼鈍し一次再結晶させた。次いでアンモニア雰囲気中で焼鈍することにより、窒素量を 0.025%に増加して、インヒビターの強化を行った。

【0036】これらの鋼板を、フォトエッチング法を用いて圧延方向と直角方向に、幅30μm、深さ25μmの溝を形成した後、アルミナ(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)を水スラリーで塗布した後、仕上げ焼鈍を施した。その後、コロイド状シリカとリン酸塩を主成分とするコーティング液を塗布して 850℃で2分間焼き付けた。これらの試料の磁気特性を測定した後、更に 800℃で4時間の歪取り焼鈍を行った。得られた製品の磁気特性を表4に示す。

【0037】

\*

磁気特性 (歪取り焼鈍前)		磁気特性 (歪取り焼鈍後)	
磁束密度	鉄 損	磁束密度	鉄 損
B <sub>a</sub> (T)	W17/50(W/kg)	B <sub>a</sub> (T)	W17/50(W/kg)
1.92	0.71	1.93	0.70

【0042】

【発明の効果】本発明により、歪取り焼鈍によって磁気特性が劣化せず、且つ従来よりも格段に鉄損特性の良好※

\*【表4】

磁気特性 (歪取り焼鈍前)		磁気特性 (歪取り焼鈍後)	
磁束密度	鉄 損	磁束密度	鉄 損
B <sub>a</sub> (T)	W17/50(W/kg)	B <sub>a</sub> (T)	W17/50(W/kg)
1.94	0.58	1.94	0.57

【0038】(実施例4)重量比で、Si: 3.1%、Mn: 0.07%、C: 0.07%、S: 0.025%、酸可溶性Al: 0.026%、N: 0.008%、Sn: 0.1%、残部実質的にFe及び不可避免の不純物からなる珪素鋼スラブを1350℃で加熱した後、熱間圧延し板厚 2.3mmとした。この熱延板を酸洗後 1.8mmに冷延し、1100℃で2分間焼鈍した後、最終板厚0.23mmに冷延した。

【0039】この冷延板に、レーザーで圧延方向と直角方向から10度の方向で、幅30μm、深さ20μmの溝を形成した後、酸化度 0.1の窒素と水素の混合ガス中において 850℃の温度で 100秒焼鈍し一次再結晶させた。これらの鋼板をその後、アルミナ(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)を水スラリーで塗布した後、仕上げ焼鈍を施した。

【0040】その後、コロイド状シリカとリン酸塩を主成分とするコーティング液を塗布して 850℃で2分間焼き付けた。これらの試料の磁気特性を測定した後、更に 800℃で4時間の歪取り焼鈍を行った。得られた製品の磁気特性を表5に示す。

【0041】

【表5】

※な方向性電磁鋼板をコストアップすることなく製造することができる。

フロントページの続き

(72)発明者 石橋 希瑞  
北九州市戸畑区飛幡町1-1 新日本製鐵  
株式会社八幡製鐵所内

(72)発明者 北河 久和  
北九州市戸畑区飛幡町1-1 新日本製鐵  
株式会社八幡製鐵所内